19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

11 Nº de publication :

2 787 027

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

21 Nº d'enregistrement national :

98 15765

51) Int CI7: A 61 K 9/107, A 61 K 7/48, 7/06

| 12 DEMANDE DE BR | EVET D'INVENTION A1 |
|---|--|
| Date de dépôt : 14.12.98. Priorité : | 71 Demandeur(s): L'OREAL Société anonyme — FR. |
| Date de mise à la disposition du public de la demande : 16.06.00 Bulletin 00/24. Solution de la demande : 16.06.00 Bulletin 00/24. | 102 Inventeur(s): SIMONNET JEAN THIERRY, SONNE-VILLE ODILE et LEGRET SYLVIE. |
| recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule Références à d'autres documents nationaux apparentés : | Titulaire(s): |
| | 74 Mandataire(s): L'OREAL. |

NANOEMULSION A BASE D'ESTERS GRAS DE SUCRE OU D'ETHERS GRAS DE SUCRE ET SES UTILISATIONS DANS LES DOMAINES COSMETIQUE, DERMATOLOGIQUE ET/OU OPHTALMOLOGIQUE.

La présente invention se rapporte à une nanoémulsion dont les globules d'huile ont une taille moyenne en nombre, inférieure à 100 nm, contenant un tensioactif solide à une température inférieure ou égale à 45°C, choisi parmi les esters d'acide gras et de sucre et les éthers d'alcool gras et de sucre, et au moins une huile ayant un poids moléculaire supérieur à 400, le rapport en poids de la quantité de phase huileuse sur la quantité de tensioactif allant de 2 à 10.

se huileuse sur la quantité de tensioactif allant de 2 à 10.

Le tensioactif utilisé est par exemple choisi parmi les esters d'acide gras en C8 à C22 de sucrose, maltose, glucose et fructose, les esters d'acide gras en C14 à C22 et de méthylglucose, les alkylpolyglucosides et leurs mélanges.

thylglucose, les alkylpolyglucosides et leurs mélanges.
L'émulsion obtenue est transparente et stable au stockage. Elle peut contenir des quantités importantes d'huile tout en conservant une bonne transparence et en. ayant de bonnes propriétés cosmétiques.

L'invention se rapporte aussi à l'utilisation de la nanoémulsion selon l'invention dans les domaines cosmétique et dermatologique, en particulier pour l'hydratation de la peau et/ou des muqueuses, ainsi que pour le traitement des cheveux, et dans le domaine ophtalmologique en collyre pour le traitement des yeux.



La présente invention concerne une nanoémulsion à base d'un tensioactif solide à une température inférieure ou égale à 45°C, choisi parmi les esters d'acide gras et de sucre et les éthers d'alcool gras et de sucre, et d'au moins une huile ayant un poids moléculaire supérieur à 400, le rapport en poids de la quantité de phase huileuse sur la quantité de tensioactif allant de 2 à 10.

L'invention se rapporte aussi au procédé de préparation de la dite nanoémulsion et à ses utilisations dans les domaines cosmétique, dermatologique et/ou ophtalmologique. Cette nanoémulsion est stable au stockage et peut contenir des quantités importantes d'huile tout en conservant une bonne transparence et en ayant de bonnes propriétés cosmétiques.

Les nanoémulsions sont des émulsions huile-dans-eau dont les globules d'huile ont une granulométrie très fine, c'est-à-dire une taille moyenne en nombre, inférieure à 100 nm. Elles sont généralement fabriquées par fragmentation mécanique d'une phase huileuse dans une phase aqueuse en présence de tensioactif. Dans le cas des nanoémulsions, la très petite taille des globules huileux est obtenue notamment grâce à au moins un passage dans un homogénéiseur haute-pression. La petite taille des globules leur confère des propriétés intéressantes sur le plan cosmétique, qui les distinguent des émulsions classiques : elles sont transparentes et présentent une texture originale. Elles peuvent également véhiculer les actifs de façon plus efficace.

25 On connaît dans l'état de la technique des microémulsions transparentes. Les microémulsions ne sont pas à proprement parler des émulsions, contrairement aux nanoémulsions ; ce sont des solutions transparentes de micelles gonflées par de l'huile qui est en général à chaîne très courte (ex : hexane, décane) et qui est solubilisée grâce à la présence conjointe d'une quantité importante de tensioactifs et de co-tensioactifs formant les micelles. La taille des micelles gonflées est très petite en raison de la faible quantité d'huile qu'elles peuvent solubiliser. Cette très petite taille des micelles est la cause de leur transparence comme pour les nanoémulsions. Cependant, contrairement aux nanoémulsions, les microémulsions se forment spontanément par mélange des constituants sans apport d'énergie mécanique autre qu'une simple agitation magnétique. Les inconvénients 35 majeurs des microémulsions sont liés à leur forte proportion en tensioactifs, conduisant à des intolérances et entraînant un toucher collant lors de l'application sur la peau. Par ailleurs, leur domaine de formulation est en général très étroit et leur stabilité en température très limitée.

En outre, on connaît dans l'état de la technique des nanoémulsions comprenant une phase lipidique amphiphile constituée de phospholipides, d'eau et d'huile. Ces émulsions présentent l'inconvénient d'être instables au stockage aux températures traditionnelles de conservation, à savoir entre 0 et 45°C. Elles conduisent à des compositions jaunes et produisent des odeurs de rance qui se développent après quelques jours de conservation.

· ----

40

45

10

15

On connaît aussi des nanoémulsions stabilisées par un enrobage cristal liquide lamellaire obtenu par l'association d'un tensioactif hydrophile et d'un tensioactif lipophile. Toutefois, ces associations sont délicates à déterminer. De plus, les nanoémulsions obtenues présentent un toucher cireux et filmogène peu agréable pour l'utilisateur.

Par ailleurs, le document EP-A-728 460 décrit des nanoémulsions à base de lipides amphiphiles non-ioniques fluides. Toutefois, ces nanoémulsions présentent l'inconvénient d'avoir un effet collant lors de l'application sur la peau.

10

Il subsiste donc le besoin de nanoémulsions n'ayant ni les inconvénients de celles de l'art antérieur ni les inconvénients des microémulsions.

La demanderesse a maintenant découvert, de façon inattendue, que l'utilisation d'un tensioactif solide à une température inférieure ou égale à 45°C, choisi parmi les esters ou éthers de sucre, et d'au moins une huile ayant un poids moléculaire supérieur à 400 (c'est-à-dire 400 grammes par mole) permettait d'obtenir de nouvelles nanoémulsions présentant tous les avantages des nanoémulsions connues sans leurs inconvénients.

20

25

La présente invention a pour objet une nanoémulsion comportant une phase huileuse dispersée dans une phase aqueuse et ayant des globules d'huile dont la taille moyenne en nombre est inférieure à 100 nm, caractérisée en ce qu'elle contient un tensioactif solide à une température inférieure ou égale à 45°C, choisi parmi les esters d'acide gras et de sucre et les éthers d'alcool gras et de sucre, et au moins une huile ayant un poids moléculaire supérieur à 400, et en ce que le rapport en poids de la quantité de phase huileuse sur la quantité de tensioactif va de 2 à 10.

30 L

Les nanoémulsions selon l'invention ont généralement un aspect transparent à bleuté. Leur transparence se mesure par un coefficient de transmittance à 600 nm allant de 10 à 90 % ou bien par une turbidité allant de 60 à 600 NTU et de préférence de 70 à 300 NTU, turbidité mesurée au turbidimètre portatif HACH - Modèle 2100 P.

35

Les globules d'huile des nanoémulsions de l'invention ont une taille moyenne en nombre, inférieure à 100 nm et de préférence allant de 20 à 75 nm et plus préférentiellement de 40 à 60 nm. La diminution de la taille des globules permet de favoriser la pénétration des actifs dans les couches superficielles de la peau (effet véhicule).

40

45

Le tensioactif solide à une température inférieure ou égale à 45°C, utilisable dans la nanoémulsion de l'invention est exclusivement choisi parmi les esters d'acide gras et de sucre, les éthers d'alcool gras et de sucre, et leurs mélanges, ce qui signifie que la nanoémulsion de l'invention est exempte de tout tensioactif autre que les esters gras ou éthers gras de sucre.

2.74

Les esters d'acide gras et de sucre, utilisables comme tensioactifs dans la nanoémulsion selon l'invention sont solides à une température inférieure ou égale à 45°C et peuvent être choisis notamment dans le groupe comprenant les esters ou les mélanges d'esters d'acide gras en C₈-C₂₂ et de sucrose, de maltose, de glucose ou de fructose, et les esters ou les mélanges d'esters d'acide gras en C₁₄-C₂₂ et de méthylglucose.

Les acides gras en C₈-C₂₂ ou en C₁₄-C₂₂ formant le motif gras des esters utilisables dans la nanoémulsion de l'invention comportent une chaîne alkyle linéaire saturée ou non saturée, comportant respectivement de 8 à 22 ou de 14 à 22 atomes de carbone. Le motif gras des esters peut être notamment choisi parmi les stéarates, béhénates, arachidonates, palmitates, myristates, laurates, caprates et leurs mélanges. On utilise de préférence des stéarates.

10

25

30

35

On peut citer, à titre d'exemple d'esters ou de mélanges d'esters d'acide gras et de sucrose, de maltose, de glucose ou de fructose, le monostéarate de sucrose, le distéarate de sucrose, le tristéarate de sucrose et leurs mélanges, tels que les produits commercialisés par la société Croda sous la dénomination Crodesta F50, F70, F110, F160 ayant respectivement un HLB (Hydrophilic Lipophilic Balance) de 5, 7, 11 et 16; et à titre d'exemple d'esters ou de mélanges d'esters d'acide gras et de méthylglucose, le distéarate de méthyl glucose et de polyglycérol-3, vendu par la société Goldschmidt sous la dénomination de Tego-care 450. On peut citer aussi les monoesters de glucose ou de maltose tels que l'o-hexadécanoyle-6-D-glucoside de méthyle et l'o-hexadécanoyle-6-D-maltoside.

Les éthers d'alcool gras et de sucre, utilisables comme tensioactifs dans la nanoémulsion selon l'invention sont solides à une température inférieure ou égale à 45° C et peuvent être choisis notamment dans le groupe comprenant les éthers ou mélanges d'éthers d'alcool gras en C_8 - C_{22} et de glucose, de maltose, de sucrose ou de fructose et les éthers ou mélanges d'éthers d'alcool gras en C_{14} - C_{22} et de méthylglucose. Ce sont notamment des alkylpolyglucosides.

Les alcools gras en C₈-C₂₂ ou en C₁₄-C₂₂ formant le motif gras des éthers utilisables dans la nanoémulsion de l'invention comportent une chaîne alkyle linéaire saturée ou non saturée, comportant respectivement de 8 à 22 ou de 14 à 22 atomes de carbone. Le motif gras des éthers peut être notamment choisi parmi les motifs décyl, cétyle, béhényle, arachidyle, stéaryle, palmityle, myristyle, lauryle, capryle, hexadécanoyle, et leurs mélanges tels que cétéaryle.

A titre d'exemple d'éthers d'alcool gras et de sucre, on peut citer les alkylpolyglucosides tels que le décyl glucoside et le lauryl glucoside commercialisés par exemple par la société Henkel sous les dénominations respectives Plantaren 2000 et Plantaren 1200, le cétostéaryl glucoside éventuellement en mélange avec l'alcool cétostéarylique, commercialisé par exemple sous la dénomination Montanov 68 par la société Seppic, sous la dénomination Tego-care CG90 par la société Goldschmidt et sous la dénomination Emulgade KE3302 par la société Henkel, ainsi que l'arachidyl glucoside, par exemple sous la forme du mélange d'alcools arachidique et

. "1 .

béhénique et d'arachidyl glucoside commercialisé sous la dénomination Montanov 202 par la société Seppic.

Selon un mode particulier de réalisation de l'invention, on utilise plus particulièrement comme tensioactif le monostéarate de sucrose, le distéarate de sucrose, le tristéarate de sucrose et leurs mélanges, le distéarate de méthyl glucose et de polyglycérol-3 et les alkylpolyglucosides.

Selon son caractère plus hydrophile ou plus lipophile, le tensioactif peut être introduit dans la phase aqueuse ou dans la phase huileuse de la nanoémulsion.

La quantité de tensioactif dans la nanoémulsion de l'invention peut aller par exemple de 0,2 à 15 % en poids et de préférence de 1 à 8 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion.

Le rapport en poids de la quantité de la phase huileuse sur la quantité de tensioactif va de 2 à 10 et, de préférence, de 3 à 6. On entend ici par "quantité de phase huileuse" la quantité totale des constituants de cette phase sans inclure la quantité de tensioactif.

La nanoémulsion selon l'invention contient au moins une huile de poids moléculaire supérieur à 400. Les huiles de poids moléculaire supérieur à 400 peuvent être choisies parmi les huiles d'origine animale ou végétale, les huiles minérales, les huiles de synthèse et les huiles de silicone, et leurs mélanges. Comme huiles de ce type, on peut citer par exemple le palmitate d'isocétyle, le stéarate d'isocétyle, l'huile d'avocat, l'huile de jojoba.

En outre, la phase huileuse peut éventuellement contenir d'autres huiles et notamment des huiles ayant un poids moléculaire inférieur à 400. Ces huiles sont choisies également parmi les huiles d'origine animale ou végétale, les huiles minérales, les huiles de synthèse et les huiles de silicone. On peut citer par exemple comme huiles de poids moléculaire inférieur à 400, l'isododécane, l'isohexadécane, les huiles de silicone volatiles, le myristate d'isopropyle, le palmitate d'isopropyle, l'isoparaffine C11-C13.

La phase huileuse peut contenir également des corps gras autres que les huiles indiquées ci-dessus, tels que les alcools gras comme les alcools stéarylique, cétylique, béhénique, les acides gras comme les acides stéarique, palmitique et béhénique, les huiles fluorées, les cires, les gommes et leurs mélanges.

Les nanoémulsions conformes à l'invention comportent une quantité de phase huileuse allant de préférence de 2 à 40 % et mieux de 5 à 30 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion, la proportion d'huile(s) ayant un poids moléculaire supérieur à 400 représentant de préférence au moins 40 % en poids de la phase huileuse.

Selon une forme particulière de réalisation de l'invention, la nanoémulsion de l'invention contient en outre un ou plusieurs lipides amphiphiles ioniques.

.' '"T

20

25

15

35

40

30

Les lipides amphiphiles ioniques pouvant être utilisés dans les nanoémulsions de l'invention sont choisis de préférence dans le groupe formé par les lipides amphiphiles anioniques, les lipides amphiphiles cationiques et les dérivés alkylsulfoniques.

Les lipides amphiphiles anioniques peuvent être plus particulièrement choisis dans le groupe formé par :

- les sels alcalins du dicetyl- et du dimyristylphosphate ;
- 10 les sels alcalins du cholestérol sulfate ;
 - les sels alcalins du cholestérol phosphate ;
 - les lipoaminoacides tels que les acylglutamates mono- et di-sodiques comme le sel disodique de l'acide N-stéaroyl L-glutamique commercialisé sous la dénomination Acylglutamate HS21 par la société AJINOMOTO;
- 15 les sels de sodium de l'acide phosphatidique ;
 - les phospholipides.

Les dérivés alkylsulfoniques peuvent être plus particulièrement choisis parmi les dérivés alkylsulfoniques de formule (I) :

20

$$\begin{array}{c} \text{R--CH-CO-O-(CH}_2\text{-CH}_2\text{-CO)-CH}_3\\ \text{SO}_3\text{M} \end{array} \tag{I)}$$

dans laquelle R représente un radical alkyle comportant de 16 à 22 atomes de carbone, en particulier les radicaux C₁₆H₃₃ et C₁₈H₃₇ pris en mélange ou séparément, et M est un métal alcalin tel que le sodium.

Les lipides amphiphiles cationiques peuvent être plus particulièrement choisis dans le groupe formé par les sels d'ammonium quaternaire, les amines grasses et leurs sels

30

Les sels d'ammonium quaternaires sont par exemple :

- ceux qui présentent la formule générale (II) suivante :

$$\begin{bmatrix} R_1 \\ R_2 \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} R_3 \\ R_4 \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} R_3 \\ R_4 \end{bmatrix}$$

35

40

dans laquelle les radicaux R_1 à R_4 , qui peuvent être identiques ou différents, représentent un radical aliphatique, linéaire ou ramifié, comportant de 1 à 30 atomes de carbone, ou un radical aromatique tel que aryle ou alkylaryle. Les radicaux aliphatiques peuvent comporter des hétéroatomes tels que notamment l'oxygène, l'azote, le soufre, les halogènes. Les radicaux aliphatiques sont par exemple choisis parmi les radicaux alkyle, alcoxy, polyoxyalkylène(C_2 - C_6), alkylamide, alkyl(C_{12} - C_{22})amido alkyle(C_2 - C_6), alkyl(C_{12} - C_{22})acétate, hydroxyalkyle, comportant environ de 1 à 30 atomes de carbone; X est un anion choisi dans le

groupe des halogénures, phosphates, acétates, lactates, alkyl(C₂-C₆)sulfates, alkyl-ou-alkylarylsulfonates. Comme sels d'ammonium quaternaire de formule (II), on préfère, d'une part, les chlorures de tétraalkylammonium comme par exemple les chlorures de dialkyldiméthylammonium ou d'alkyltriméthylammonium, dans lesquels le radical alkyle comporte environ de 12 à 22 atomes de carbone, en particulier les chlorures de béhényltriméthylammonium, de distéaryldiméthylammonium, de cétyltriméthyl-ammonium, de benzyl diméthyl stéaryl-ammonium ou encore, d'autre part, le chlorure de stéaramidopropyldiméthyl (myristyl acetate) ammonium vendu sous la dénomination «CERAPHYL 70» par la société VAN DYK.

- les sels d'ammonium quaternaire de l'imidazolinium, comme par exemple ceux de formule (III) suivante :

$$\begin{bmatrix} R_6 \\ N \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} CH_2 - CH_2 - N(R_8) - CO - R_5 \\ R_7 \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} CH_2 - CH_2 - N(R_8) - CO - R_5 \\ R_7 \end{bmatrix}$$

15

20

25

30

10

dans laquelle R_5 représente un radical alcényle ou alkyle comportant de 8 à 30 atomes de carbone, par exemple dérivé des acides gras du suif ; R_8 représente un atome d'hydrogène, un radical alkyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone ou un radical alcényle ou alkyle comportant de 8 à 30 atomes de carbone ; R_7 représente un radical alkyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone ; R_8 représente un atome d'hydrogène, un radical alkyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone ; X est un anion choisi dans le groupe des halogénures, phosphates, acétates, lactates, alkylsulfates, alkyl-ou-alkylarylsulfonates. De préférence, R_5 et R_6 désignent un mélange de radicaux alcényle ou alkyle comportant de 12 à 21 atomes de carbone, par exemple dérivés des acides gras du suif, R_7 désigne un radical méthyle, R_8 désigne l'hydrogène. Un tel produit est par exemple vendu sous la dénomination «REWOQUAT W 75» par la société REWO.

- les sels de diammonium quaternaire de formule (IV) :

$$\begin{bmatrix} R_{10} & R_{12} \\ R_{9} - N - (CH_{2})_{3} - N - R_{14} \\ R_{11} & R_{13} \end{bmatrix}^{++} 2X^{-} \quad (IV)$$

dans laquelle R_s désigne un radical aliphatique comportant environ de 16 à 30 atomes de carbone; R₇, R₈, R₉, R₁₀, et R₁₁ sont choisis parmi l'hydrogène ou un radical alkyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone; et X est un anion choisi dans le groupe des halogénures, acétates, phosphates, nitrates et méthylsulfates.

De tels sels de diammonium quaternaire comprennent notamment le dichlorure de propanesuif diammonium.

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, on utilise comme lipide amphiphile ionique un lipoaminoacide.

Les lipides ioniques amphiphiles peuvent être introduits dans l'une ou l'autre phase de la nanoémulsion. Lorsqu'ils sont présents dans la nanoémulsion de l'invention, ils peuvent être utilisés dans des concentrations allant de préférence de 0,01 à 5 % en poids et plus particulièrement de 0,25 à 1 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion.

Les émulsions conformes à la présente invention peuvent contenir des additifs pour améliorer la transparence de la formulation.

15

20

10

Ces additifs sont choisis de préférence dans le groupe formé par :

- les alcools inférieurs comportant de 1 à 8 atomes de carbone et plus particulièrement de 2 à 6 atomes de carbone, tels que l'éthanol ;
- les glycols tels que la glycérine, le propylène glycol, le 1,3- butylène glycol, le dipropylène glycol, le pentylène glycol, l'isoprène glycol et les polyéthylèneglycols comportant de 4 à 16 et de préférence de 8 à 12 unités d'oxyde d'éthylène;
- les sucres tels que le glucose, le fructose, le maltose, le lactose, le sucrose.

Ces additifs peuvent être utilisés en mélange. Lorsqu'ils sont présents dans la nanoémulsion de l'invention, ils peuvent être utilisés à des concentrations allant de préférence de 0,01 à 30 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion, et mieux de 5 à 20 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion. La quantité d'alcool(s) et/ou de sucre(s) va de préférence de 5 à 20 % en poids en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion et la quantité de glycol(s) va de préférence de 5 à 15 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion.

En outre, l'utilisation des alcools tels que définis ci-dessus, à des concentrations supérieures ou égales à 15 % en poids permet d'obtenir des émulsions sans conservateur.

Les nanoémulsions définies ci-dessus peuvent constituer des compositions à usage topique et notamment cosmétiques ou dermatologiques. Elles peuvent aussi être utilisées comme supports ophtalmiques.

40

35

Un autre objet de l'invention consiste donc en une composition à usage topique, caractérisée en ce que qu'elle est constituée par une nanoémulsion telle que définie précédemment.

Une composition à usage topique contient un milieu physiologiquement acceptable, c'est-à-dire compatible avec la peau, les muqueuses, le cuir chevelu, les yeux et/ou les cheveux.

. · · · · · r

L'invention a aussi pour objet un support ophtalmique, caractérisé en ce qu'il est constitué d'une nanoémulsion telle que définie précédemment.

Les nanoémulsions de l'invention peuvent contenir des actifs hydrosolubles ou liposolubles ayant une activité cosmétique, dermatologique ou ophtalmique. Les actifs liposolubles sont dans les globules huileux de l'émulsion, tandis que les actifs hydrosolubles sont dans la phase aqueuse de l'émulsion. On peut citer, à titre d'exemples d'actifs, les vitamines telles que la vitamine E, et leurs dérivés et en particulier leurs esters, les provitamines telles que le panthénol, les humectants et les filtres solaires.

Comme actifs ophtalmiques, on peut citer par exemple les agents anti-glaucome, tels que le betaxolol; les antibiotiques tels que l'acyclovir; les antiallergiques; les agents anti-inflammatoires tels que l'ibuprofène et ses sels, le diclofénac et ses sels, l'indométhacine; les agents antiviraux.

Les nanoémulsions conformes à l'invention peuvent se présenter sous forme de lotion, de sérum, de crème, de lait ou d'eau de toilette et peuvent contenir des adjuvants habituellement utilisés dans les domaines cosmétique, dermatologique et ophtalmique, tels que par exemple les gélifiants, les conservateurs, les antioxydants et les parfums. Elles peuvent aussi se présenter sous forme de collyre, en particulier pour les applications ophtalmologiques.

Parmi les gélifiants utilisables, on peut citer les dérivés de cellulose, les dérivés d'algues, les gommes naturelles et les polymères synthétiques tels que les polymères et copolymères d'acides carboxyvinyliques comme ceux commercialisés sous la dénomination CARBOPOL par la société GOODRICH.

L'invention a aussi pour objet un procédé de préparation d'une nanoémulsion telle que définie ci-dessus, ce procédé consistant à mélanger la phase aqueuse et la phase huileuse sous agitation vive, à une température allant de 10 à 80°C, puis à effectuer une homogénéisation à une pression allant de préférence de 6.10⁷ Pa à 18.10⁷ Pa (homogénéisation haute pression). Le cisaillement va de préférence de 2.10⁶ s⁻¹ à 5.10⁸ s⁻¹ et mieux de 1.10⁸ s⁻¹ à 3.10⁸ s⁻¹ (s⁻¹ signifie seconde⁻¹).

La nanoémulsion de l'invention peut être par exemple utilisée pour le soin, le traitement, le maquillage de la peau, du visage et/ou du cuir chevelu.

L'invention a donc aussi pour objet l'utilisation cosmétique de la nanoémulsion telle que définie ci-dessus pour le soin, le traitement et/ou le maquillage de la peau, du visage et/ou du cuir chevelu.

En outre, la nanoémulsion de l'invention peut aussi être utilisée pour le soin et/ou le traitement des cheveux. Elle permet d'obtenir un dépôt d'huile sur les cheveux, ce qui rend ceux-ci plus brillants, plus résistants au coiffage, sans toutefois les alourdir. Elle permet aussi, en prétraitement d'améliorer les effets de la coloration ou de la permanente.

. "" · .

35

40

30

5

10

15

20

L'invention a donc aussi pour objet l'utilisation cosmétique de la nanoémulsion telle que définie ci-dessus pour le soin et/ou le traitement des cheveux.

La nanoémulsion selon l'invention permet notamment une bonne hydratation de la peau, des muqueuses et/ou du cuir chevelu, et est particulièrement adaptée au traitement de la peau sèche.

Un autre objet de l'invention est donc un procédé cosmétique de soin et/ou d'hydratation de la peau, des muqueuses et/ou du cuir chevelu, caractérisé en ce qu'on applique sur la peau, les muqueuses et/ou sur le cuir chevelu une nanoémulsion telle que définie ci-dessus.

L'invention porte également sur l'utilisation de la nanoémulsion selon l'invention pour la fabrication d'une composition dermatologique destinée au traitement de la peau sèche.

Enfin, l'invention porte aussi sur l'utilisation de la nanoémulsion selon l'invention pour la fabrication d'une composition ophtalmologique.

Les exemples qui suivent, permettront de mieux comprendre l'invention, sans toutefois présenter un caractère limitatif. Les quantités indiquées sont en % en poids.

25 Exemple 1 : Fluide démaquillant

Phase huileuse:

10

| | - Tego-Care 450 (Société GOLDSCHMIDT) | 4,5 | % | |
|----|---|-----|---|--|
| 30 | Sel disodique de l'acide N-Stéaroyl L-glutamique (Acylglutamate HS21 de la société AJINOMOTO) | 0,5 | % | |
| | - Stéarate d'isocétyle (P.M. = 508) | 10 | % | |
| | - Myristate d'isopropyle (P.M. = 270) | 5 | % | |
| | Phase aqueuse : | | | |
| 35 | - Glycérine | 5 | % | |

| 00 | Ciyocinic | V | 70 |
|----|----------------------|----|----|
| | - Dipropylène glycol | 10 | % |
| | - Eau | 65 | % |

On obtient une nanoémulsion transparente dont la taille des globules est de 49 nm et la turbidité de 218 NTU.

Exemple 2 : Gel démaquillant

45 Phase huileuse:

| - Crodesta F50 (Société CRODA) | 4,5 | % |
|--|-----|---|
| - Sel disodique de l'acide N-Stéaroyl L-glutamique | | |
| (Acylglutamate HS21 de la société AJINOMOTO) | 0,5 | % |

. · · · · · · · .

%

65

| | - Stéarate d'isocétyle (P.M. = 508) | 20 | % |
|---|-------------------------------------|-----|---|
| | - C11-C13 isoparaffine (P.M. = 170) | 2,5 | % |
| | - Isohexadécane (P.M. = 226) | 2,5 | % |
| 5 | Phase aqueuse : | | |
| | - Glycérine | 5 | % |
| | - Dipropylène glycol | 10 | % |
| | - Eau | 55 | % |

On obtient une nanoémulsion transparente gélifiée dont la taille des globules est de 45 nm et la turbidité de 260 NTU.

Exemple 3 : Eau parfumée

| 15 | | | |
|----|---|------|---|
| | Phase huileuse : | _ | |
| | Crodesta F70 (Société CRODA) | 4,5 | % |
| | Sel disodique de l'acide N-Stéaroyl L-glutamique (Acylglutamate HS21) | | |
| 20 | (Société AJINOMOTO) | 0,5 | % |
| | - Huile de soja (P.M. de l'ordre de 900) | 6 | % |
| | - Huile de silicone volatile (P.M. = 106) | 2 | % |
| | - Parfum | 3 | % |
| | - Acétate de vitamine E | 0,5 | % |
| 25 | - Ethanol | 10 | % |
| | Phase aqueuse: | | |
| | - Glycérine | 5 | % |
| | - Eau | 68,5 | % |

On obtient une nanoémulsion transparente dont la taille des globules est de 39nm et la turbidité de 96 NTU.

35 Exemple 4 : Fluide démaquillant

| - | | i. | • • | |
|----------------------|------|------|--------|---|
| $\boldsymbol{\nu}_r$ | 226 | וווח | ileuse | • |
| , , | 1436 | HU | 16436 | • |

- Eau

30

| | Tego-Care CG90 (Société GOLDSCHMIDT) Sel disodique de l'acide N-Stéaroyl L-glutamique | 4,5 | % |
|----|--|-----|---|
| 40 | (Acylglutamate HS21 de la société AJINOMOTO) | 0,5 | % |
| | - Stéarate d'isocétyle (P.M. = 508) | 10 | % |
| | - Myristate d'isopropyle (P.M. = 270) | 5 | % |
| | Phase aqueuse : | | |
| 45 | - Glycérine | 5 | % |
| | - Dipropylène glycol | 10 | % |

· ---

On obtient une nanoémulsion transparente dont la taille des globules est de 43 nm et la turbidité de 145 NTU.

5 Exemple 5 : Gel de soin

| | Phase huileuse : | | |
|----|--|-----|---|
| | - Montanov 68 (Société Seppic) | 4,5 | % |
| | - Sel disodique de l'acide N-Stéaroyl L-glutamique | | |
| 10 | (Acylglutamate HS21 de la société AJINOMOTO) | 0,5 | % |
| | - Huile de jojoba (P.M. de l'ordre de 900) | 9 | % |
| | - Huile d'avocat (P.M. de l'ordre de 900) | 9 | % |
| | - Huile de silicone volatile (P.M. = 106) | 6 | % |
| 15 | Phase aqueuse : | | |
| | - Glycérine | 5 | % |
| | - Dipropylène glycol | 10 | % |
| | - Eau | 56 | % |

On obtient une nanoémulsion transparente gélifiée dont la taille des globules est de 46 nm et la turbidité de 240 NTU.

REVENDICATIONS

1. Nanoémulsion comportant une phase huileuse dispersée dans une phase aqueuse et ayant des globules d'huile dont la taille moyenne en nombre est inférieure à 100 nm, caractérisée en ce qu'elle contient un tensioactif solide à une température inférieure ou égale à 45°C, choisi parmi les esters d'acide gras et de sucre et les éthers d'alcool gras et de sucre, et au moins une huile ayant un poids moléculaire supérieur à 400, et en ce que le rapport en poids de la quantité de phase huileuse sur la quantité de tensioactif va de 2 à 10.

10

- 2. Nanoémulsion selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle a une turbidité allant de 60 à 600 NTU.
- 3. Nanoémulsion selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que la quantité de tensioactif va de 0,2 à 15 % en poids et de préférence de 1 à 8 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion.
 - 4. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le rapport en poids de la quantité de phase huileuse sur la quantité de tensioactif va de 3 à 6.
 - 5. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que les globules d'huile ont une taille moyenne allant de 20 à 75 nm.

25

30

20

- 6. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le tensioactif est choisi dans le groupe comprenant les esters ou les mélanges d'esters d'acide gras en C_8 - C_{22} et de sucrose, de maltose, de glucose ou de fructose, les esters ou les mélanges d'esters d'acide gras en C_{14} - C_{22} et de méthylglucose, les éthers ou mélanges d'éthers d'alcool gras en C_{8} - C_{22} et de glucose, de maltose, de sucrose ou de fructose et les éthers ou mélanges d'éthers d'alcool gras en C_{14} - C_{22} et de méthylglucose.
- 7. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le tensioactif est choisi dans le groupe comprenant le monostéarate de sucrose, le distéarate de sucrose, le tristéarate de sucrose et leurs mélanges, le distéarate de méthyl glucose et de polyglycérol-3, les alkylpolyglucosides.
- 8. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'huile de poids moléculaire supérieur à 400 est choisie parmi les huiles d'origine animale ou végétale, les huiles minérales, les huiles de synthèse et les huiles de silicone, et leurs mélanges.
- 9. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la phase huileuse contient en outre au moins une huile ayant un poids moléculaire inférieur à 400.

- 10. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la phase huileuse contient au moins 40 % en poids d'huile(s) ayant un poids moléculaire supérieur à 400, par rapport au poids total de la phase huileuse.
- 11. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la quantité de phase huileuse va de 2 à 40 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion.
- 10 12. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle contient en outre au moins un lipide amphiphile ionique choisi dans le groupe formé par les lipides amphiphiles anioniques, les dérivés alkylsulfoniques.
- 13. Nanoémulsion selon la revendication 12, caractérisée en ce que les lipides amphiphiles ioniques sont choisis dans le groupe formé par :
 - les sels alcalins du dicetyl- et du dimyristylphosphate ;
 - les sels alcalins du cholestérol sulfate ;
 - les sels alcalins du cholestérol phosphate ;
- 20 les sels de lipoaminoacides;
 - les sels de sodium de l'acide phosphatidique ;
 - les phospholipides ;
 - les dérivés alkylsulfoniques de formule (I) :

$$R$$
— CH - CO - O - $(CH2- CH ₂- CO)- CH ₃ (I) $SO_3M$$

25

30

5

dans laquelle R représente des radicaux alkyle en C₁₆-C_{22,} pris en mélange ou séparément et M est un métal alcalin ;

- les sels d'ammonium quaternaire, les amines grasses et leurs sels ; et leurs mélanges.
- 14. Nanoémulsion selon la revendication 12 ou 13, caractérisée en ce que la quantité de lipide(s) amphiphile(s) ionique(s) va de 0,01 à 5 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion.

35

15. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle contient un additif permettant d'améliorer la transparence, choisi parmi les alcools inférieurs, les glycols, les sucres et leurs mélanges.

40

16. Nanoémulsion selon la revendication 15, caractérisée en ce que l'additif est présent en une concentration allant de 0,5 à 20 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion.

- 17. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle contient un actif cosmétique, dermatologique ou ophtalmologique.
- 18. Composition à usage topique, caractérisée en ce qu'elle est constituée d'une nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 17.

10

25

- 19. Support ophtalmique, caractérisé en ce qu'il est constitué d'une nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 17.
- 20. Utilisation cosmétique de la nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, pour le soin, le traitement et/ou le maquillage de la peau, du visage et/ou du cuir chevelu.
- 15 21. Utilisation cosmétique de la nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, pour le soin et/ou le traitement des cheveux.
- 22. Procédé cosmétique de soin et/ou d'hydratation de la peau, des muqueuses et/ou du cuir chevelu, caractérisé en ce que qu'on applique sur la peau, les muqueuses et/ou sur le cuir chevelu une nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 17.
 - 23. Utilisation de la nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, pour la fabrication d'une composition dermatologique destinée au traitement de la peau sèche.
 - 24 Utilisation de la nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, pour la fabrication d'une composition ophtalmologique.
- 25. Procédé de préparation d'une nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, consistant à mélanger la phase aqueuse et la phase huileuse sous agitation vive, à une température ambiante allant de 10 à 80°C, puis à effectuer une homogénéisation à une pression allant de 6.10⁷ Pa à 18.10⁷ Pa.
 - 26. Procédé selon la revendication précédente, caractérisé en ce que le cisaillement va de 2.10⁶ s⁻¹ à 5.10⁸ s⁻¹.

REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL

de la

PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE PRELIMINAIRE

établi sur la base des demières revendications déposées avant le commencement de la recherche N° d'enregistrement national

FA 567226 FR 9815765

| atégorie | Citation du document avec indication, en c des parties pertinentes | | de la demande examinée | |
|--|---|--|---|--|
| D,A | EP 0 728 460 A (L'OREAL) 28 août 1996 (1996-08-28) * revendications 1-25 * | | | |
| | | | | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6) A61K B01F |
| | | | | |
| | | e d'achèvement de la recherche 24 août 1999 | | Examinateur quier, J-P |
| X : par Y : par auti A : per ou a O : div | ticulièrement pertinent à lui seul ticulièrement pertinent à lui seul ticulièrement pertinent en combinaison avec un re document de la même catégorie tinent à l'encontre d'au moins une revendication arrière-plan technologique général ulgation non-écrite cument intercalaire | à la date de dé de dépôt ou qu D : cité dans la der L : cité pour d'autre | revet bénéficiant d' pôt et qui n'a été pu 'à une date postéri mande es raisons | 'une date antérieure ubliéqu'à cette date |